

PROO/ 738



REC'D **17 APR 2000**WIPO PCT

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 3 1 MARS 2000

PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b) Pour le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

SIEGE

NATIONAL DE LA PROPRIETE INDUSTRIELÉE 26 bis, rue de Saint Petersbourg 75800 PARIS Cédex 08 Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

ETABLISSEMENT PUBLIC NATIONAL CREE PAR LA LOI Nº 51-444 DU 19 AVRIL 1951

THIS PAGE BLANK (USPTO)

75800 Paris Cedex 08

Téléphone: 01 53 04 53 04 Télécopie: 01 42 93 59 30

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE

Cet unonune est a remobr a l'encre noire en lettres capitales

Confirmation	đun	déoôt	OM7	télécopie	ſ

DATE DE REMISE DES PIÈCES 3 0 MARS 1999 À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE 99 04202 -N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL DÉPARTEMENT DE DÉPÔT LY CABINET GERMAIN & MAUREAU BP 6153 DATE DE DÉPÔT 69466 LYON CEDEX 06 3 0 MARS 1999 FRANCE 2 DEMANDE Nature du titre de propriété industrielle n°du pouvoir permanent références du correspondant téléphone brevet d'invention demande divisionnaire emande initiale 04 72 69 84 30 DoG/P13B3363FR certificat d'utilité transformation d'une demande de brevet européen brevet d'invention certificat d'utilité n° immédiat Établissement du rapport de recherche ı différé ___ non Le demandeur, personne physique, requiert le paiement échelonné de la redevance Titre de l'invention (200 caractères maximum) COMPOSITION PLASTIQUE IGNIFUGEANTE, FIL ET STRUCTURE TEXTILE ENDUITS AVEC CETTE DERNIERE DEMANDEUR (S) nº SIREN Forme juridique Nom et prénoms (souligner le nom patronymique) ou dénomination CHAVANOZ INDUSTRIE EURL Elle garantit Nationalité (s) FRANCAISE Adresse (s) complète (s) 38230 CHAVANOZ FRANCE En cas d'insuffisance de place, poursuivre sur papier libre X: non Si la réponse est non, fournir une désignation séparée INVENTEUR (S) Les inventeurs sont les demandeurs requise antérieurement au dépôt ; joindre copie de la décision d'admission **RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES** requise pour la 1ère fois DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE nature de la demande date de dépôt pays d'origine numéro FRANCE 99.03764 23 Mars 1999 BREVET antérieures à la présente 1978 SIGNATURE DU PRÉPOSÉ À LA RÉCEPTION : SIGNATURE APRÈS ENREGISTREMENT DE LA DEMANDE À L'INPI SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (nom et qualité du signataire) Dominique GUERR CPI 921104



BREVET D'INVENTION, CERTIFICAT D'UTILITE

DÉSIGNATION DE L'INVENTEUR

(si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL

9904202

DEPARTEMENT DES BREVETS

26bis, rue de Saint-Pétersbourg 75800 Paris Cédex 08 Tél.: 01 53 04 53 04 - Télécopie: 01 42 93 59 30

TITRE DE L'INVENTION:

COMPOSITION PLASTIQUE IGNIFUGEANTE, FIL ET STRUCTURE TEXTILE ENDUITS AVEC CETTE DERNIERE

LE(S) SOUSSIGNÉ(S)

CABINET GERMAIN & MAUREAU BP 6153 69466 LYON CEDEX 06 FRANCE

DÉSIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) (indiquer nom, prénoms, adresse et souligner le nom patronymique) :

CONESA Isabelle
2 Via des Anes Barens
38460 ST-ROMAIN DE JALIONAS
FRANCE

DAMOUR François-Xavier

81, Rue de Trion 69005 LYON FRANCE

NOTA: A titre exceptionnel, le nom de l'inventeur peut être suivi de celui de la société à laquelle il appartient (société d'appartenance) lorsque celle-ci est différente de la société déposante ou titulaire.

Date et signature (s) du (des) demandeur (s) ou du mandataire

Lyon, le 30 Mars 1999 Dominique GUERRE

CPI 921104

TA 443/440007

La présente invention concerne une composition ignifugeante, sans halogène, destinée à l'enduction d'un substrat, par exemple des fils ou structures textiles, pour répondre à toutes applications ou spécifications particulières, par exemple pour la fabrication d'écrans solaires tels que stores ou rideaux. Plus précisément, l'invention concerne une composition ignifugeante, à l'état de plastisol, comprenant un milieu plastifiant, au moins une résine acrylique dispersée dans ledit milieu plastifiant, et un agent intumescent.

De manière générale, on connaît déjà, et la Demanderesse 10 fabrique et vend des fils composites comprenant :

- une âme comportant un fil continu, notamment en matériau inorganique,
 par exemple en verre, et
- une gaine ou enveloppe comportant une matrice constituée par au moins un matériau polymère chloré, par exemple un polychlorure de vinyle (PVC),
- une charge minérale ignifugeante incorporée et distribuée dans ladite matrice,
- et un plastifiant.

15

25

30

35

Préférentiellement, mais de manière non exclusive, un tel fil est obtenu par enduction de l'âme avec un plastisol comprenant le matériau polymère chloré, par exemple PVC, et le plastifiant, puis par gélification du plastisol autour de l'âme.

D'autre part, la Demanderesse a proposé une composition plastique ignifugeante sans halogène, décrite dans le document FR-A-2 755 973, applicable à un substrat, tel qu'un fil en matière minérale ou organique, d'origine naturelle ou synthétique, telle qu'en verre, polyester, polyamide, polypropylène, polyéthylène, et sans halogène ou composé halogéné. Cette composition plastique ignifugeante comprend une fraction liante liant ladite composition, et un agent intumescent constitué au moins par un composé acide fort, thermodégradable, et un composé polyhydrique carboné. Ladite fraction liante en tant que telle a un indice limite d'oxygène (ILO) au moins égal à 25 %, et l'agent intumescent est constitué essentiellement par ledit composé acide fort et ledit composé polyhydrique carboné, l'extrait sec de la composition présentant un rapport pondéral entre ledit composé acide fort et ledit composé polyhydrique carboné compris entre 1,5 et 2, et de préférence de 1,85.

2

La composition ignifugeante décrite peut se présenter sous forme solide, fondue ou liquide. De manière préférentielle, cette composition se présente sous forme d'une dispersion aqueuse.

Les tissus techniques obtenus avec des fils tels que décrits cidessus, et lorsqu'ils sont mis en œuvre dans différents environnements, notamment pour l'aménagement tant intérieur qu'extérieur d'immeubles ou constructions, par exemple à titre de stores, sont soumis à des exigences de comportement au feu, définies par des réglementations et/ou procédures d'homologation ou autorisation, nationales ou internationales.

5

10

15

20

25

35

Ainsi, la réglementation applicable à de tels tissus en République Fédérale d'Allemagne définit différents classements, caractérisés notamment par la longueur de l'échantillon détruite par le feu, et par la température des fumées de combustion, et identifiés par les lettres B1 à B3, la lettre B1 caractérisant le meilleur comportement au feu accessible par un matériau comprenant des matières organiques.

La réglementation applicable en France définit quant à elle, également différents classements, d'une part caractérisés notamment par l'émission de fumées et identifiés par les lettres FO à F5, F3 étant le meilleur comportement accessible par un matériau contenant un polymère halogéné, et d'autre part caractérisés notamment par la durée d'inflammation du tissu, et identifiés par les lettres MO à M4, la lettre M1 identifiant le meilleur comportement au feu généralement accessible par un matériau comprenant des matières organiques.

Aux fins de satisfaire aux exigences en matière de comportement au feu, il est connu d'incorporer dans toute composition plastique un agent intumescent approprié, formulé avec la résine de manière à atteindre le niveau d'ignifugation requis.

S'agissant de l'enduction d'un substrat, et en particulier de l'âme d'un fil, avec une composition plastique ignifugeante, comprenant une résine acrylique et un agent intumescent, la présente invention s'est posée la question du mode d'enduction le plus approprié, c'est-à-dire susceptible de préserver en final les propriétés du fil ou de la structure composite obtenue, en termes de thermo-soudabilité et de résistance aux basses comme aux températures élevées.

Et s'agissant d'un fil, l'invention a d'abord retenu à cette fin une enduction, par passage de l'âme dans une filière, avec une distribution

périphérique autour de l'âme d'une gaine de la composition plastique ignifugeante, à l'état de plastisol non gélifié, c'est-à-dire avec un milieu plastifiant dans lequel sont distribués, et la résine acrylique et l'agent intumescent.

Cette voie d'apport de la composition plastique sur le substrat, c'est-à-dire avec un plastisol, évite de recourir à une fusion de la matière plastique, à température relativement élevée s'agissant d'une résine acrylique, susceptible de dégrader les propriétés finales de cette dernière. Mais ceci évite surtout de dégrader l'agent intumescent, et permet de limiter la proportion de ce dernier dans la composition de départ.

5

10

15

35

Ensuite, l'invention identifie les conditions à respecter, pour que le plastisol puisse demeurer compatible avec des filières à défilement linéaire relativement important. A cette fin, selon l'invention, le plastisol est formulé en sorte que :

- la viscosité demeure inférieure ou égale à 6000 m.Pa.s, mesurée avec un viscosimètre Brookfield RVT à 20 tours/mn;
 - son comportement rhéologique soit de type pseudo-plastique et newtonien.

Préférentiellement, de manière à préserver les propriétés du fil de la structure composite obtenue, notamment sa thermo-soudabilité et sa résistance aux intempéries, en combinaison, la proportion pondérale du milieu plastifiant comprenant un phtalate est au plus égale à 200 % par rapport au poids de la résine acrylique, et la proportion pondérale de l'agent intumescent est au plus égale à 200 % par rapport au poids de résine acrylique.

Le milieu plastifiant comporte majoritairement en poids un phosphate organique, avec éventuellement et préférentiellement un phtalate.

La proportion pondérale de l'agent intumescent est comprise 30 entre 50 et 200 %, et de préférence entre 150 et 200 % en poids de la résine.

Tout fil composite ou toute structure composite textile, susceptible d'être obtenue par enduction puis gélification d'une composition ignifugeante telle que définie précédemment, permet d'atteindre une résistance au feu selon la norme française NFP 92503, notamment le niveau de classement M1, et également une bonne tenue

aux intempéries vérifiant la norme ISO 105, et enfin une bonne thermosoudabilité.

Dans la description et revendications, les termes et expressions indiqués ci-après ont les significations suivantes :

 une "résine acrylique" est tout polymère synthétique dérivé de l'acide propénoïque;

5

15

20

25

30

35

- "un composé acide fort thermodégradable" est un composé qui libère un acide fort soit seul, soit in situ à partir d'un précurseur, à température élevée, c'est à dire entre environ 100°C à environ 250°C;
- "un composé polyhydrique carboné" est un composé généralement choisi dans les différentes classes de carbohydrates, et qui présente une quantité relativement élevée de carbone et beaucoup de sites hydroxyles;
 - "un dérivé phosphoré liquide" est un produit ignifugeant comprenant des groupements phosphates et qui se présente sous forme liquide;
 - "un agent générateur de gaz" est un produit qui sous
 l'action de la température va dégager par dégradation thermique un gaz,
 par exemple du dioxyde de carbone ou de l'ammoniac;
 - "un plastisol à l'état gélifié" est une dispersion de polymères, de charges et additifs divers dans un plastifiant.

Dans un autre mode de réalisation préféré selon l'invention, la composition plastique ignifugeante comprend également un plastifiant de type phosphate. Avec un plastifiant de type phosphate/phtalate, les performances en termes de basse viscosité sont meilleures et l'exsudation de plastifiant après gélification est plus faible.

Comme exemple de plastifiant de type phtalate, on peut citer les plastifiants UNIMOLL BB commercialisés par la Société BASF.

Comme plastifiant de type phosphate, on peut citer les DISFLAMOLL DPO et DPK® commercialisés par la Société BAYER.

Comme exemple de plastifiant de type phosphate/phtalate, on peut citer ceux commercialisés par la Société SOLUTIA.

Dans encore un autre mode de réalisation préféré selon l'invention, la résine acrylique est un homopolymère ou copolymère à base de méthacrylate de méthyle.

Une telle résine peut par exemple être choisie parmi les résines BM 310® et BM 410® commercialisées par la Société AGOMER.

La composition plastique ignifugeante selon l'invention peut également comprendre des agents anti-UV, et/ou des agents opacifiants, et/ou des pigments, et/ou des agents permettant d'abaisser la viscosité lors de la mise en œuvre.

Comme agents anti-UV, on peut notamment citer des composés du type benzophénone comme le TINUVIN P commercialisé par la Société WITCO, ou des composés type benzotriazole comme le LOWILITE 55 commercialisé par la Société GREAT LAKES.

Comme agents opacifiants, on peut notamment citer les carbonates de calcium ou les sulfures de zinc.

10

15

20

25

30

35

Comme pigments, on peut notamment citer les produits des gammes IRGALITHE ou CHROMOPHTAL commercialisés par la Société CIBA.

Comme agents permettant d'abaisser la viscosité lors de la mise en œuvre, on peut notamment citer les réducteurs de viscosité commercialisés par la Société BYK CHEMIE.

L'agent intumescent de la composition selon l'invention comprend donc au moins un composé acide fort.

De préférence, le composé acide fort thermodégradable est choisi parmi le groupe consistant en les acides phosphoriques, les acides boriques, et les sels de ces derniers présentant un cation volatil, et de préférence le polyphosphate d'ammonium. En effet, l'agent source d'acide est choisi pour pouvoir déshydrater de manière efficace, si il est présent, l'agent source de carbone, ceci à partir d'une certaine température ou en présence d'une flamme, et pour libérer l'acide dans des domaines de température proches de la température d'inflammation du substrat à ignifuger.

L'agent intumescent peut également comprendre un composé polyhydrique carboné. Le composé polyhydrique carboné est de préférence un amidon ou alcool polyhydrique, et plus préférentiellement le pentaérythritol. En effet, ces agents contiennent une quantité relativement élevée de carbone et beaucoup de sites hydroxyles, ce qui favorise la formation d'un résidu expansé important.

L'agent intumescent peut également comprendre des dérivés phosphorés liquides qui permettent de diminuer encore la viscosité du plastisol fluide. Ces dérivés sont préférentiellement choisis parmi les produits de la gamme FYROL® commercialisés par la Société AKZO.

L'agent intumescent peut également comprendre des agents générateurs de gaz, tels que notamment la mélamine.

Dans un mode de réalisation très préféré selon l'invention, la composition plastique ignifugeante comprend en poids :

	- résine acrylique	100.00 parties
10	- plastifiants phosphate/phtalate	125.00 parties
	- dérivés phosphorés liquides	5.00 parties
	- polyphosphate d'ammonium et mélamine	97.50 parties
	- 50/50 pentaérythritol/mélamine	52.00 parties

Un autre objet selon l'invention est un fil composite ignifuge, comprenant une âme faiblement combustible en matériau minéral ou organique, par exemple sans halogène, et une gaine en matière plastique susceptible d'être obtenue à partir de la composition ignifugeante telle que définie précédemment. Le matériau de l'âme est par exemple de la silionne.

L'âme en matériau sans halogène du fil composite selon l'invention peut être choisie parmi le groupe constitué d'un fil en matière minérale ou organique, d'origine naturelle ou synthétique, telle qu'en silionne, polyester, polyamide, polypropylène, polyéthylène. De préférence, on choisira une âme en fil de verre ou fibre de verre continue, ou silionne.

Un autre objet selon l'invention concerne une structure textile, assemblant ou enchevêtrant des fils composites tels qu'obtenus précédemment.

Un autre objet selon l'invention est un substrat faiblement combustible, par exemple une structure textile, enduit avec une couche de résine, obtenue par enduction puis gélification d'une composition ignifugeante telle que définie précédemment.

D'autres objets selon l'invention sont respectivement un écran de protection solaire, un écran signalétique, et un revêtement mural ou pour plafond, comprenant une structure textile telle que définie précédemment.

5

15

20

25

30

Les exemples qui suivent illustrent l'invention mais ne limitent en rien la portée des revendications jointes.

Exemple 1: Formulation I d'une composition plastique ignifugeante :

5

Plastisol:

- Résine acrylique (BM 310 de la Société AGOMER) 100.00 parties
- Plastifiant phosphate/phtalate

125.00 parties

10 • Agent intumescent :

- Polyphosphate d'ammonium

120.00 parties

- Pentaérythritol

31.00 parties

- Mélamine

31.00 parties

15 • Lubrifiant:

- Huile de silicone

2.50 parties

Les tests de comportement au feu ont été réalisés sur des tissus de verre enduits par la composition plastique ignifugeante décrite ci-dessus, 20 ainsi que sur des fils composites formés d'environ 54 % (ou 50 %) de silionne et de 46 % (ou 50 %) de composition plastique ignifugeante décrite ci-dessus.

Les résultats des tests effectués permettent de montrer que le classement M1 de la norme NFP 92503 peut être attribué aux textiles ainsi obtenus.

Exemple 2: Formulation II d'une composition plastique ignifugeante :

30

• Plastisol:

- Résine acrylique (BM 310) de la Société AGOMER

100.00 parties

Plastifiant phosphate/phtalate

125.00 parties

• Agent intumescent :

Polyphosphate d'ammonium
 Pentaérythritol
 Système ignifugeant BUDIT 3077B

5 (commercialisé par la Société BUDENHEIM)

150.00 parties

• Lubrifiant:

- Huile de silicone

2.50 parties

10

Les mêmes tests et résultats que ceux décrits dans l'Exemple 1 ont été reproduits.

REVENDICATIONS

- 1) Composition plastique ignifugeante sans halogène, adaptée à l'enduction d'un substrat, comprenant une résine acrylique et un agent intumescent, caractérisée en ce qu'elle est sous forme de plastisol, et comprend à cette fin un milieu plastifiant dans lequel la résine acrylique et l'agent intumescent sont dispersés, ledit plastisol étant formulé en sorte que, en combinaison :
 - la viscosité demeure inférieure ou égale à 6000 m.Pa.s, mesurée avec un viscosimètre Brookfield RVT à 20 tours/mn;
 - son comportement rhéologique soit de type pseudo plastique et newtonien.

10

15

25

- 2) Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que, en combinaison la proportion pondérale du milieu plastifiant, comprenant un phtalate, est au plus égale à 200 % par rapport au poids de la résine acrylique, et la proportion pondérale de l'agent intumescent est au plus égale à 200 % par rapport au poids de la résine acrylique.
- 3) Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que le milieu plastifiant comporte majoritairement en poids un phosphate organique.
- 20 4) Composition selon la revendication 3, caractérisée en ce que le milieu plastifiant comporte un phtalate.
 - 5) Composition selon la revendication 2, caractérisée en ce que la proportion pondérale du milieu plastifiant est comprise entre 100 et 200 %, et de préférence comprise entre 120 et 145 % en poids de la résine.
 - 6) Composition selon la revendication 2, caractérisée en ce que la proportion pondérale de l'agent intumescent est comprise entre 50 et 200 %, et de préférence comprise entre 150 et 200 % en poids de la résine.
- 7) Fil composite ignifuge, comprenant une âme en matériau faiblement combustible, par exemple sans halogène, et une gaine en résine, caractérisé en ce qu'il est susceptible d'être obtenu par enduction de ladite âme avec la composition ignifugeante selon l'une quelconque des revendications 1 à 6.

- 8) Fil selon la revendication 7, caractérisé en ce que le matériau de l'âme est de la silionne.
- 9) Structure composite comprenant un substrat faiblement combustible, par exemple sans halogène, et au moins une couche en résine, caractérisée en ce qu'elle est susceptible d'être obtenue par enduction du substrat avec une composition ignifugeante selon l'une quelconque des revendications 1 à 6.
 - 10) Structure textile, assemblant ou enchevêtrant des fils selon la revendication 7.
 - 11) Ecran de protection solaire comprenant une structure textile selon la revendication 9 ou 10.

10

- 12) Ecran signalétique comprenant une structure textile selon la revendication 9 ou 10.
- 13) Revêtement mural ou pour plafond, comprenant une15 structure textile selon la revendication 9 ou 10.